(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

式会社滋賀事業場内

特開平6-346030

(43)公開日 平成6年(1994)12月20日

(51) Int.Cl. ⁵		識別記号	庁内整理番号	FΙ						技術表	示箇所
CO9J 7/	/02	JKD									
		JHR									
		JJR									
		JKL									
		JKP									
			審查請求	未請求	請求項	の数12	OL	(全	7 頁)	最終頁	に続く
(21)出願番号		特願平6-72243		(71)	出顧人	000003	159				
		,				東レ株	式会社				
(22)出願日		平成6年(1994)4月			東京都	中央区	日本村	有室町 2	2丁目2番	1号	
				(72)	発明者	與倉	三好				
(31)優先権主張番号		特願平5-86116			滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株						
(32)優先日		平 5 (1993) 4 月13日				式会社	滋賀事	業場	内		
(33)優先権主張国		日本(JP)		(72)	発明者	小村	誠				
				ļ		滋賀県	大津市	圍山	1丁目:	₩1号	東レ株
						式会社	滋賀事	業場	内		
				(72)	発明者	三浦	康男				
						滋賀県	大津市	運山	1丁目:	1番1号	東レ株

(54) 【発明の名称】 耐熱性接着材料

(57)【要約】

【構成】本発明は、耐熱性樹脂層Bの少なくとも片面に熱可塑性耐熱性接着剤層Aを有する耐熱性接着材料であって、該熱可塑性耐熱性接着剤層Aの厚みが0.1μm以上15μm以下であり、かつ該熱可塑性耐熱性接着剤層Aの250℃における弾性率が10° dyn/cm² 以上10° dyn/cm² 未満であることを特徴とする耐熱性接着材料に関する。

【効果】本発明によれば、低温度で接着剤が可能で、かつ高温度での接着力低下がなく、耐熱性、電気特性、耐薬品性が優れ、さらに接着性の著しく改良された耐熱性接着材料を得ることができる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 耐熱性樹脂層Bの少なくとも片面に熱可塑性耐熱性接着剤層Aを有する耐熱性接着材料であって、該熱可塑性耐熱性接着剤層Aの厚みが0.1μm以上15μm以下であり、かつ該熱可塑性耐熱性接着剤層Aの200℃における弾性率が10°dyn/cm²以上10°dyn/cm²以下であることを特徴とする耐熱性接着材料。

【請求項2】 熱可塑性耐熱性接着剤層Aのガラス転移 点が 50 ℃以上 200℃以下であることを特徴とする請求 項1記載の耐熱性接着材料。

【請求項3】 熱可塑性耐熱性接着剤層Aがポリイミド 系樹脂であることを特徴とする請求項1記載の耐熱性接 着材料。 *【請求項4】 該ポリイミド樹脂が、シロキサン系ジアミンを5モル%以上含むジアミン成分と芳香族テトラカルボン酸とを反応させて得られるポリアミック酸をイミド化した薄膜からなることを特徴とする請求項3記載の耐熱性接着材料。

【請求項5】 ジアミン成分がシロキサン系ジアミンを 50モル%以上含むことを特徴とする請求項4記載の耐熱性接着材料。

【請求項6】 シロキサン系ジアミンが次の一般式
0 [I] で表わされるものであることを特徴とする請求項
4または5記載の耐熱性接着材料。

【化1】

(ただし、式中nは1以上の整数を示す。またR¹およびR²は、それぞれ同一または異なって、低級アルキレン基またはフェニレン基を示し、R³、R⁴、R⁵およびR⁶は、それぞれ同一または異なって、低級アルキル基、フェニル基またはフェノキシ基を示す。)

【請求項7】 耐熱性樹脂層 B の250 ℃における弾性率 が10° dyn/cm² 以上10°dyn/cm² 以下であることを特徴 とする請求項1記載の耐熱性接着材料。

【請求項8】 耐熱性樹脂層Bがポリフェニレンスルフィド系樹脂、ポリイミド系樹脂またはポリアラミド系樹脂であることを特徴とする請求項1記載の耐熱性接着材 30 料。

【請求項9】 加熱温度100℃以上300℃以下における発生ガス量が500ppm以下であることを特徴とする請求項1記載の耐熱性接着材料。

【請求項10】 請求項1~9のいずれか記載の耐熱性接着材料を耐熱性樹脂フィルムの片面または両面に積層したことを特徴とする耐熱性接着材料。

【請求項11】 リードフレーム周辺材料であることを特徴とする請求項 $1\sim10$ のいずれかに記載の耐熱性接着材料。

【請求項12】 リードフレーム固定用接着テープ、リードオンチップ用接着テープまたはヒートスプレッダー 用接着テープであることを特徴とする請求項11記載の耐熱性接着材料。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は耐熱性接着材料に関する ものであり、さらに詳しくは、リードフレーム周辺材料 として使用される耐熱性接着材料に関するものである。

[0002]

【従来の技術】電子機器のより小型、高性能化が進む中で半導体実装分野でも、小型、薄型、軽量、高密度のパッケージが求められてきている。

【0003】この半導体実装技術のなかで、部品同志を 接合するための高性能な耐熱性接着テープの開発が求め らるようになってきた。

【0004】例えば、リードフレーム上にICチップを 両面接着テープで固定するLOC (lead on chip) 用接 着テープ、またICチップの放熱のためICチップと金 属の放熱板を接着するヒートスップレッダー用接着テー プなどである。

【0005】現在この接着テープは、一般にリードフレームメーカで、リードフレーム上にテーピングされた後、半導体メーカでICチップと熱圧着し、さらにチップとリードフレームを超音波をかけながら250℃前後の温度でワイヤボンディングし、約180℃乃至200℃前後の温度で樹脂封止される。その後、250℃前後の温度の半田リフローによって実装される。このため、接着テープには電気特性は勿論のことテーピング直後の十分な室温接着力、ICチップとの接着力、ワイヤボンディング特性さらに半田耐熱性などの総合特性の良好なことが要求される。

[0006]

40

【発明が解決しようとする課題】現在、この接着テープとしては、ポリイミドフィルムの両面にエポキシ系の熱硬化性接着剤を塗工したものが使用されている。しかしながら、このエポキシ系樹脂を、例えばLOC用接着テープに使用する場合は、NIKKEI MICRODEVICES 1989年9月号などに記載されているごとく、キュア時の発生ガスが基板金属表面を汚染し、接着力低下やパッケージクラックの発生などの問題がある。

3

【0007】また、接着テープには、低温で部品同志の接合(ラミ)ができるという特性が要求される。すなわち、Cuなどの部品と接合(ラミ)を300℃をこえる温度で行うと、Cuが酸化され接着力などの特性が低下してしまうため、300℃以下の低温で部品同志の接合(ラミ)ができる接着剤が望まれているのである。

【0008】このような状況の中で最近、熱可塑性接着 剤を用いて、キュア時の発生ガスを抑制し、低温ラミを 可能とする方法が検討されるようになった。

【0009】従来、熱可塑性接着剤(いわゆるホットメ 10 ルト接着剤)は被着体同志を合わせ加熱、加圧だけで容易に接着できキュア不要ですぐに使用できるため各種分野に広範囲に使用されているのは周知のとおりである。例えば、製本分野、包装紙器、木工・合板、製靴・アッセンブラーなどである。これらの、ベースポリマは、エチレンー酢酸ビニル、ポリアミド、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリビニルアセタールなど用途、目的によって種々のものが使用されている。

【0010】しかしながら、LOCやヒートスプレッダー用となどの接着テープには半田リフロー時や樹脂封止 20時の高温で接着力が低下しないという特性も要求されるため、これらの熱可塑性接着剤(ホットメルト接着剤)をポリイミド樹脂フィルムに塗工した接着剤材料は、半導体実装分野には耐熱性不足のため使用できない。なぜなら、通常の熱可塑性接着剤は、部品同志の接合(ラミ)の温度をこえると、接着剤は可塑化し接着力を失うからである。いいかえると、部品同志の接合(ラミ)の温度以上の高温度で半田リフローや樹脂封止を行うことは不可能であった。

【0011】本発明は、かかる従来技術の諸欠点に鑑み、接着剤層および耐熱性樹脂層を特定することによって創案されたものであって、その目的とするところは、熱可塑性樹脂を使用したものでありながら、低温度で部品同志が接合(ラミ)でき、かつ半田リフロー時や樹脂封止時の高温度で接着力低下が少ないという、相矛盾するような特性を有する高性能耐熱性接着材料で、加熱時に発生するガス量が極めて少なく、しかも優れた接着性、耐薬品性および寸法安定性を有する耐熱性接着材料を提供するところにある。

[0012]

【課題を解決するための手段】かかる本発明の目的は、耐熱性樹脂層Bの少なくとも片面に熱可塑性耐熱性接着剤層Aを有する耐熱性接着材料であって、該熱可塑性耐熱性接着剤層Aの厚みが0.1μm以上15μm以下であり、かつ該熱可塑性耐熱性接着剤層Aの200℃における弾性率が10° dyn/cm² 以上10° dyn/cm² 以下であることを特徴とする耐熱性接着材料により達成される。

【0013】すなわち、従来は、耐熱性樹脂層の少なく プロパン二無水物、2,2ービス(2,3ーシカルボキ とも片面に形成される接着剤層は、厚みが20 μ m程度 シフェニル)プロパン二無水物、ビス(3,4ージカル と分厚いものであったのを、本発明においては0.1 μ 50 ボキシフェニル)エーテル二無水物、ビス(3,4ージ

m以上15μm以下と薄くし、かつ特定の弾性率を有する材質を用いることによって本発明の目的を達成したものである。

【0014】本発明の耐熱性接着材料における熱可塑性耐熱性接着剤層Aは、200℃における弾性率が10° dyn/cm²以上10° dyn/cm²以下であることが重要である。より好ましくは5×10′ dyn/cm²以上5×10° dyn/cm²以下である。200℃における弾性率が10° dyn/cm² をこえる場合は、耐熱性接着材料を、例えばLOC用両面接着テープとして使用する場合、リードフレームとのラミネート可能になる温度が300℃を越える高温度になるため、例えばヒートスプレッダー用途の銅系の金属と張り合わせる場合に金属が酸化され接着力低下などが問題になる。また、10′ dyn/cm² 未満の場合は、半田リフロー時の接着力低下が大きい。

【0015】該熱可塑性耐熱性接着剤層Aは、耐熱性樹脂層Bの少なくとも片面に塗工されるが、その厚みは 0.1μ m以上 15μ m以下であることが重要である。より好ましくは 0.5μ m以上 12μ m以下であるが、超音波併用によるワイヤボンディングを行う場合には接着力が実用レベルを満足する範囲内で、できるだけ薄いほうが好ましい。 15μ mをこえる場合は、ワイヤボンディング時の超音波による加熱効率が減少する。 0.1μ m以下では接着力が確保できない。

【0016】熱可塑性耐熱性接着剤層Aのガラス転移点は、50℃以上200℃以下であることが好ましい。ガラス転移点が50℃未満の場合は、接合(ラミ)可能温度は低いが、半田リフロー時や樹脂封止温度での接着力低下が大きくなるので好ましくない。また、200℃をこえる場合には、接合(ラミ)可能温度が300℃以上となるので好ましくない。

【0017】熱可塑性耐熱性接着剤層Aの材料としては、ポリイミド系樹脂、ポリアミド系樹脂、ポリアミド イミド系樹脂、ポリエーテルサルホン系樹脂などが挙げられるが、耐熱性の点から、ポリイミド系樹脂が好ましい。さらに、ポリイミド系樹脂が、シロキサン系ジアミンを5モル%以上含むジアミン成分と芳香族テトラカルボン酸よりなるポリアミック酸をイミド化して得られる薄膜であることが好ましい。

【0018】 芳香族テトラカルボン酸としては、3,3 ´,4,4 ´ーベンゾフェノンテトラカルボン酸二無水物、2,2 ´,3,3 ´ーベンゾフェノンテトラカルボン酸二無水物、2,2 ´,3,3 ´ービフェニルテトラカルボン酸二無水物、3,3 ´,4,4 ´ービフェニルテトラカルボン酸二無水物、2,2 ´,3,3 ´ービフェニルテトラカルボン酸二無水物、2,2 ービス(3,4 ージカルボキシフェニル)プロパン二無水物、2,2 ービス(2,3 ージカルボキシフェニル)プロパン二無水物、ビス(3,4 ージカルボキシフェニル)エーテル二無水物、ビス(3,4 ージ

カルボキシフェニル)スルホン二無水物、1,1ービス (2,3ージカルボキシフェニル)エタン二無水物、ビス(2,3ージカルボキシフェニル)メタン二無水物、 2,3,6,7ーナフタレンテトラカルボン酸二無水物、1,4,5,8ーナフタレンテトラカルボン酸二無水物、1,2,5,6ーナフタレンテトラカルボン酸二無水物、1,2,3,4ーベンゼンテトラカルボン酸二無水物、3,4,9,10ーペリレンテトラカルボン酸二無水物、3,4,9,10ーペリレンテトラカルボン酸二無水物、2,3,6,7ーアントラセンテトラカルボン酸二無水物、2,3,6,7ーアントラセンテトラカルボン酸二無水物、1,2,7,8ーフェナントレンテトラ 10カルボン酸二無水物などが用いられる。これらは単独ま*

*たは2種以上混合して用いられる。

【0019】ジアミン成分としては、上述のようにジアミン成分中にシロキサン系ジアミンを5モル%以上含むものが好ましい。より好ましくは10モル%以上96モル%以下であり、さらに好ましくは50モル%以上94モル%以下である。

6

【0020】シロキサン系ジアミンとしては、次の一般 式[I]で表わされるものが挙げられる。

[0021]

【化2】

(ただし、式中nは1以上の整数を示す。またR'およびR'は、それぞれ同一または異なって、低級アルキレン基またはフェニレン基を示し、R'、R' に R' およびR'は、それぞれ同一または異なって、低級アルキル基、フェニル基またはフェノキシ基を示す)一般式

[I] で表されるものの具体例としては、1, 1, 3, 3-テトラメチル-1, 3-ビス(4-アミノフェニル) ジシロキサン、1, 1, 3, 3-テトラフェノキシー1, 3-ビス(4-アミノエチル) ジシロキサン、1, 1, 3, 3, 5, 5-ヘキサメチル-1, 5-ビス(4-アミノフェニル) トリシロキサン、1, 1, 3, 3-テトラフェニル-1, 3-ビス(2-アミノエチル) ジシロキサン、1, 1, 3, 3-テトラフェニル-301, 3-ビス(3-アミノプロピル) ジシロキサン、

1, 1, 5, 5-テトラフェニル-3, 3-ジメチル-1, 5-ビス (3-アミノプロピル) トリシロキサン、 1, 1, 5, 5-テトラフェニル-3, 3-ジメトキシ -1, 5ビス (4-アミノブチル) トリシロキサン、

1, 1, 5, 5-テトラフェニルー3, 3-ジメトキシー1, 5ビス(5-アミノペンチル)トリシロキサン、1, 1, 3, 3-テトラメチルー1, 3-ビス(2-アミノエチル)ジシロキサン、1, 1, 3, 3-テトラメチルー1, 3-ビス(3-アミノプロピル)ジシロキサ 40ン、1, 1, 3, 3-テトラメチルー1, 3-ビス(4

-アミノブチル) ジシロキサン、1, 3-ジメチルー1, 3-ジメトキシー1, 3-ビス(4-アミノブチ

ル) ジシロキサン、1, 1, 5, 5 – テトラメチルー

3, 3-ジメトキシー1, 5-ビス (2-アミノエチ

ル) トリシロキサン、1, 1, 5, 5ーテトラメチルー

3, 3-ジメトキシー1, 5-ビス (4-アミノブチ

ル) トリシロキサン、1, 1, 5, 5-テトラメチルー

3, 3-ジメトキシー1, 5-ビス (5-アミノペンチ

ル) トリシロキサン、1, 1, 3, 3, 5, 5ーヘキサ 50

メチルー1, 5-ビス (3-アミノプロピル) トリシロキサン、1, 1, 3, 3, 5, 5-ヘキサエチルー1, 5-ビス (3-アミノプロピル) トリシロキサン、1, 1, 3, 3, 5, 5-ヘキサプロピルー1, 5-ビス (3-アミノプロピル) トリシロキサンなどが挙げられる。

【0022】これらのシロキサン系ジアミンは、単独または二種以上混合して用いられる。また、シロキサン系ジアミン以外のジアミン成分として、従来公知のジアミン成分を併用することができる。

【0023】上記芳香族テトラカルボン酸とジアミンとの反応は、従来公知の方法に準じて行うことができる。例えば、略化学量論量の酸成分とジアミン成分とを、N,Nージメチルホルムアミド、N,Nージメチルアセトアミド、Nーメチルー2ピロリドン等の有機溶媒中で、0~80℃の温度で反応させれば良い。これらの溶媒は、単独あるいは2種以上混合して用いられ、ポリアミック酸が折出しない程度であれば、ベンゼン、トルエン、ヘキサン、シクロヘキサン、テトラヒドロフラン、メチルエチルケトン等を加えても良い。

【0024】ポリアミック酸ワニス濃度は、特に限定されず、塗工する装置あるいは塗工する膜厚などによって 適宜選定すれば良い。

【0025】耐熱性樹脂層Bとしては、250 ℃における 弾性率が10° dyn/cm² 以上10'°dyn/cm² 以下の範囲のも のが好ましい。250 ℃における弾性率が10° dyn/cm² 未 満のものは、耐熱性が不足であり、例えばLOC用接着 テープとして使用した場合にはICチップとリードフレームを超音波をかけながらワイヤボンディングする工程 において樹脂が軟化してボンディング不良の原因になる ので好ましくない。また、10'°dyn/cm² をこえる場合 は、熱可塑性耐熱性接着剤層Aと被着体の間に数μm~ 15μm程度のシリコンウエハ粉など洗浄で取り除けな

かった異物などが存在する場合には、この異物を「包み 込む」ような緩衝効果がないため接着不良の問題が生じ やすいので好ましくない。

【0026】耐熱性樹脂層Bの例として、ポリフェニレンスルフィド系樹脂、ポリエーテルエーテルケトン系樹脂、ポリイミド系樹脂、ポリアラミド系樹脂、ポリアミドイミド系樹脂、ポリスルホン系樹脂、エポキシ系樹脂などの熱硬化系または熱可塑系樹脂などが挙げられるが、吸水率、寸法安定性、耐熱性、接着性などの点からポリフ10ェニレンサルファイド樹脂、ポリイミド系樹脂、ポリアラミド系樹脂などが好ましい。これらの樹脂には無機および有機フィラーなどを必要に応じて添加することもできる。

【0027】また、耐熱性樹脂層Bは必要に応じて、上記樹脂が単独あるいは積層して使用されても良い。

【0028】さらに、これらの樹脂はコロナ放電、低温 プラズマ、樹脂コーティングなど周知の接着性改良など の表面処理が施されていることが好ましい。

【0029】例えば、減圧下で行う低温プラズマ処理の 20 方法としては、ドラム状電極と複数の棒状電極からなる対極電極を有する内部電極型の放電処理装置内に被処理基材をセットし、前記処理ガスを0.01~10Torr、好ましくは、0.02~1Torrに調整した状態で電極間に直流あるいは交流の高電圧を印加して放電を行い、前記ガスのプラズマ発生させ、該プラズマに基材表面を晒して処理すればよい。低温プラズマ処理の条件は、処理装置、ガスの種類、圧力、電源の周波数などによって異なるので適宜最適条件を選択すれば良い。

【0030】低温プラズマ処理に用いるガスとしては、Ar, N_2 , He, CO_2 , CO, 空気、水蒸気、 O_2 などのガスが単独または混合して使用でき、特に限定されるものではない。

【0031】本発明の耐熱性接着材料は、目的に応じ、耐熱性樹脂フィルムの片面または両面に積層して使用される。耐熱性樹脂フィルムの例としては、ポリフェニレンスルフィド系樹脂、ポリエーテルエテルケトン系樹脂、ポリイミド系樹脂、ポリアラミド系樹脂、ポリアミドイミド系樹脂、ポリエーテルイミド系樹脂、ポリパラバン酸系樹脂、ポリスルホン系樹脂、フッソ系樹脂など 40の公知のフィルムが挙げられる。当然のことながら、これらの樹脂は前述の耐熱性樹脂層Bと同様にコロナ放電、低温プラズマ、樹脂コーティングなど周知の接着性改良などの表面処理が施されていることが好ましい。

【0032】本発明の耐熱性接着材料は、加熱温度100~300℃において発生するガス量が500ppm以下の条件を満足することが好ましい。より好ましくは250ppm以下、さらに好ましくは100ppm以下である。発生ガス量の少ないものほど、金属箔、耐熱樹脂などと接着した場合の発泡を少なくすることができる。

8

【0033】ここで、耐熱接着材料の加熱温度100~300℃において発生するガス量とは該耐熱接着材料のサンプルについて後述するDT・DTG-MS法

TG: Thermogravimetoric Analysis

(熱重量分析)

DTG: Derivative Thermogravimetoric Analysis (微分熱重量分析)

MS : Mass Spectorometory

(質量分析)

により測定して求めたものである。

【0034】次に、本発明の耐熱性接着材料の具体的な例として2軸配向ポリーpーポリフェニレンスルフィド樹脂フィルムをベースとした例の製造方法を次にあげる。

【0035】すなわち低温プラズマ処理したポリフェニレンスルフィド樹脂フィルム上に、上記ポリアミック酸ワニスを $5\sim40$ 重量%含む溶媒溶液を乾燥後の膜厚が 0.1μ m以上 15μ m以下になるように塗工する。この塗工方法としてはロールコータ、ナイフコータ、密封コータ、コンマコータ、ドクターブレードフロートコータなどによるものが挙げられる。

【0036】次に上記のように耐熱性樹脂フィルムに塗工した溶液の溶媒を、通常60℃以上190℃程度の温度で連続的または断続的に10~60分間で加熱除去した後、さらに必要によってはイミド化するための加熱処理を行なう。イミド化するための加熱処理としては180~300℃の範囲で0.5~15分程度の加熱処理を行うことが好ましい。

【0037】このようにして作製された耐熱性接着材料の熱可塑性耐熱性接着剤層Aの弾性率、ガラス転移点、耐熱性樹脂層Bの弾性率は、接着剤層、樹脂層等を削りとり、分析することにより測定することができる。

【0038】本発明にかかる耐熱性接着材料の使用例の一部として、耐熱樹脂フィルム同志の積層、金属との積層、例えば銅箔と積層するフレキシブルプリント基板用途、TAB用キャリアテープおよびリードフレーム固定用接着テープ、LOC用接着テープ、ヒートスプレッダー用接着テープなどのリードフレーム周辺材料など種々あげられる。

40 【0039】具体例として、LOC用両面接着テープに使用する場合には、本発明品を使用目的の幅にスリットしたあと、熱可塑性耐熱性接着剤上の保護フィルムを剥がし吸着水分を除去後、リードフレームと重ね合わせ150℃以上300℃程度の温度で加熱圧着し、さらに1Cチップを接着固定すれば良い。接着力向上のためにはさらに加熱キュアを施したほうが好ましい。圧着の温度、圧力および加熱キュアの条件は樹脂の組成、膜厚、などによって適宜選定すればよい。また、加熱圧着の方法は、ヒートプレス、加熱ロールなど製造工程によって50好ましく選定すれば良い。

[0040]

【実施例】以下、本発明を実施例に基づいて詳細に説明 するが、本発明はこれらに限定されるものではない。な お、以下の説明で弾性率、加熱時の発生ガス量、接着 力、膜厚およびワイヤボンディング性はそれぞれ次の方 法で評価および測定したものである。

【0041】 [弾性率] 試料 (4mm×40mm) を2 3℃、50%RHで、24時間以上調節後測定した。

【0042】測定機および測定条件はつぎのとおりであ る。

【0043】測定機 ; RHEO VIBRON D DV-II-EA [(株) ORIENTEC製] 測定温度;室温~280℃(測定温度間隔;2℃) 駆動周波数;110Hz

[発生ガス量] イミド化した薄膜を有する試料約100 mgを精密科学天秤で秤量後、DT・DTG-MS法に よって測定した。

【0044】DT・DTG-MS法とは、TG装置にM S装置を直結して、重量変化と同時に、加熱時に試料か ら発生するガスの濃度変化を温度の関数として追跡する 20 手法である。測定機および測定条件はつぎのとおりであ

:島津製作所(株)製TG(マ 【0045】測定機 クロ天秤)-MS同時測定装置

データ処理; 東レリサーチセンター製データ処理システ ム

"THADAP-TGMS"

測定精度 ; 10ppm

測定モード;試料を白金製容器に入れてあらかじめ50 ℃で6時間真空乾燥した後、TG装置にセット後、乾燥 30 ヘリウムを50m1/分で12時間以上流してから、1 0℃/分で昇温を開始し、400℃までのTG-MS曲 線を測定し、150℃から300℃の発生ガスの総量を 求めた。

【0046】 [接着力] JIS C-6481に準拠 し、幅2mmの試料を90°剥離をテンシロンにて、引 張り速度50mm/分で測定した。実用的には、0.8 kg/cm以上の接着力が必要とされる。

【0047】[膜厚]ベースフィルム、耐熱性樹脂層お よび熱可塑性耐熱性接着剤層の厚みは次の装置で測定し 40

【0048】測定機;表面粗さ形状測定機

「サーフコム1500A」(株)東京精密製

学顕微鏡で観察した。

(測定精度; n m ~ μ m) [ワイヤボンディング性] セカンドボンディング後のリ ードフレーム(42アロイ)上の金線のつぶれの状態を光

【0049】試験機; NTC BONDER WA-1472 ; 海上電気(株)製

ボンディング条件;基板加熱温度;250℃

超音波周波数;60kHz (5W)

金線径 $30 \mu \text{ m}$

ワニスの合成

[ワニスA] 温度計、攪拌装置、還流コンデンサおよび 乾燥N₂吹込口を供えた300mlの4ロフラスコに反 応装置にN,N-ジメチルアセトアミド146g入れ窒 素気流下でビス(3-アミノプロピル)テトラメチルジ シロキサン14.0g(90mol%)およびp-フェ ニレンジアミン 0. 68g(10mol%)を溶解した あと、3,3´,4,4´ーベンゾフェノンテトラカル ボン酸二無水物20.3g(100mol%)を加え、 10℃で1時間攪拌を続けた。その後50℃で3時間攪 拌して反応させポリアミック酸ワニスAを得た。

10

【0050】該ワニスAを銅箔(35μm)鏡面上に乾 燥後の膜厚が約20μmになるようにバーコータで塗工 後、80℃で10分乾燥し、さらに、150℃で10分 乾燥さらに、250℃で30分加熱処理を施した。その 後銅箔をエッチング除去し、水洗、乾燥したフィルムの 発生ガス量を測定したところ60ppm以下であった。 200℃の弾性率は、2×10°dyn/cm²であった。ガ ラス転移点は92℃であった。

【0051】 [ワニスB] 温度計、攪拌装置、還流コン デンサおよび乾燥N₂吹込口を供えた300mlの4口 フラスコにN, Nージメチルアセトアミド146 g入れ 窒素気流下でビス(3-アミノプロピル)テトラメチル ジシロキサン3. 73g (30mol%) および4, 4 ´ージアミノジフェニルエーテル10.30g(70m o 1%)を溶解したあと、3,3´,4,4´ーベンゾ フェノンテトラカルボン酸二無水物16.11g(10 0 m o 1 %) を加え、10℃で1時間攪拌を続けた。そ の後50℃で3時間攪拌して反応させポリアミック酸ワ ニスBを得た。

【0052】該ワニスBを銅箔(35μm)鏡面上に乾 燥後の膜厚が約20μmになるようにバーコータで塗工 後、80℃で10分乾燥し、さらに、150℃で10分 乾燥さらに、250℃で30分加熱処理を施した。その 後銅箔をエッチング除去し、水洗、乾燥したフィルムの 発生ガス量を測定したところ60ppm以下であった。 250℃の弾性率は、2×10°dyn/cm²であった。

【0053】実施例1

ワニスBを、あらかじめAr雰囲気中で低温プラズマ処 理した50μmのポリイミド樹脂フィルム ("ユーピレ ックス"50S (宇部興産(株) 製)に乾燥後の膜厚が2 Oμmになるように塗工し80℃で10分乾燥し、さら に、130℃で10分乾燥さらに、160℃で15分乾 燥した。該塗工品の上に上記ワニスAを乾燥後の膜厚が 3μmになるように塗工し80℃で10分乾燥し、さら に、150℃で10分乾燥さらに、イミド化のため25 0℃で30分加熱処理を施した。該フィルムの発生ガス 50 量を測定したところ60ppm以下であった。

【0054】上記作製フィルムを、幅30mmにスリット加工し、リードフレーム用金属箔として用いられている42合金と重ね合わせ、表面温度220℃に加熱したプレスで圧力7kg/cm²、加熱時間5秒で張り合わせた。ラミネートした物の発泡は認められなく、接着力1.6kg/cmであった。ワイヤボンディング後の金線のつぶれ性も良好であった。LOC用接着テープ、ヒートスプレッダー用接着テープ、リードフレーム固定用接着テープとして実用レベルを十分満足するものであった。

【0055】実施例2

ワニスAを実施例1と同様に低温プラズマ処理した70 μ mのポリフェニレンサルファイド樹脂フィルム ("トレリナ"東レ (株) 製 250 \mathbb{C} の弾性率; 3×10^9 dy n/cm^2) に乾燥後の膜厚が 1μ mになるように塗工し80 \mathbb{C} で10分乾燥し、さらに、120 \mathbb{C} で10分乾燥さらに、150 \mathbb{C} で15分乾燥し、さらに210 \mathbb{C} で5分加熱処理を施した。該フィルムの発生ガス量を測定したところ60 p p m以下であった。

【0056】上記作製フィルムの樹脂塗工面と、200 20 μmのリードフレーム用42アロイと重ね合わせ表面温度250℃に加熱した加熱プレスで圧力30kg/cm²、加熱時間5秒で張り合わせた。接着力は1.7kg/cmであり接着力の強い張り合せ品が得られた。ワイヤボンディング後の金線のつぶれ性も良好であった。LOC用接着テープ、ヒートスプレッダー用接着テープ、リードフレーム固定用接着テープとして実用レベルを十分満足するものであった。

【0057】実施例3

ワニスAを実施例1と同様に低温プラズマ処理した7030 μ mのポリフェニレンサルファイド樹脂フィルム ("トレリナ"東レ (株) 製250 ∞ の弾性率; $3\times10^\circ$ dyn/cm²) に乾燥後の膜厚が 10μ mになるように塗工した 80%で10分乾燥し、さらに、120%で10分乾燥 さらに、150%で15分乾燥し、さらに220%で5 分間熱処理を施した。該フィルムの発生ガス量を測定し*

*たところ100ppm以下であった。

【0058】上記作製フィルムの樹脂塗工面と、200 μ mのリードフレーム用42アロイと重ね合せ表面温度220℃に加熱した加熱プレスで圧力7kg/cm²、加熱時間5秒で張り合わせた。接着力は1.5kg/cmであり接着力の強い張り合わせ品が得られた。ワイヤボンディング後の金線のつぶれ性も良好であった。LOC用接着テープ、ヒートスプレッダー用接着テープ、リードフレーム固定用接着テープとして実用レベルを十分10満足するものであった。

12

【0059】比較例1

ワニスAを実施例1と同様に低温プラズマ処理した70 μ mのポリフェニレンサルファイド樹脂フィルム ("トレリナ"東レ (株) 製 250 \mathbb{C} の弾性率; 3×10^9 dy n/cm^2) に乾燥後の膜厚が20 μ mになるように塗工し $80\mathbb{C}$ で10分乾燥し、さらに、 $120\mathbb{C}$ で10分乾燥さらに、 $150\mathbb{C}$ で15分乾燥し、さらに $210\mathbb{C}$ で5分加熱処理を施した。該フィルムの発生ガス量を測定したところ60 p p m以下であった。

【0060】上記作製フィルムの樹脂塗工面と、200 μmのリードフレーム用42アロイと重ね合わせ表面温度250℃に加熱した加熱プレスで圧力30kg/cm²、加熱時間5秒で張り合わせた。接着力は1.7kg/cmであり接着力の強い張り合せ品が得られたが、ワイヤボンディング後の金線のつぶれが不良でありLOC用接着テープ、ヒートスプレッダー用接着テープ、リードフレーム固定用接着テープとしては使用できないレベルであった。

[0061]

FI

【発明の効果】本発明は、上述のごとく構成したので、 300℃以下の温度で金属、耐熱性樹脂などと接着可能 な上、しかも高温度での接着力低下がなく、張り合わせ 後の発泡がなく、さらに接着性、耐熱性、電気特性、耐 薬品性が優れた耐熱性接着材料をを確実に得ることがで きる

フロントページの続き

技術表示箇所